

Helsinki 31.5.2004

ETUOIKEUSTODISTUS
PRIORITY DOCUMENT

REC'D 16 JUN 2004

WIPO

PCT



Hakija
Applicant

Suomen Viljava Oy
Helsinki

Patenttihakemus nro
Patent application no

20030683

Tekemispäivä
Filing date

07.05.2003

Kansainvälinen luokka
International class

A23L

Keksinnön nimitys
Title of invention

"Menetelmä kasviperäisen materiaalin käsittelemiseksi, menetelmällä valmistettu tuote sekä tuotteen käyttö"

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

Täten todistetaan, että oheiset asiakirjat ovat tarkkoja jäljennöksiä Patentti- ja rekisterihallitukselle alkuaan annetuista selityksestä, patenttivaatimuksista, tiivistelmästä ja piirustuksista.

This is to certify that the annexed documents are true copies of the description, claims, abstract and drawings originally filed with the Finnish Patent Office.

Marketta Tehikoski
Apulaistarkastaja

Maksu 50 €
Fee 50 EUR

Maksu perustuu kauppa- ja teollisuusministeriön antamaan asetukseen 1027/2001 Patentti- ja rekisterihallituksen maksullisista suoritteista muutoksineen.

The fee is based on the Decree with amendments of the Ministry of Trade and Industry No. 1027/2001 concerning the chargeable services of the National Board of Patents and Registration of Finland.

Osoite: Arkadiankatu 6 A Puhelin: 09 6939 500
P.O.Box 1160 Telephone: + 358 9 6939 500
FIN-00101 Helsinki, FINLAND

Telefax: 09 6939 5328
Telefax: + 358 9 6939 5328

BEST AVAILABLE COPY

Menetelmä kasvipärisen materiaalin käsittelymiseksi, menetelmällä valmistettu tuote sekä tuotteen käyttö

5 Keksintö koskee menetelmää kasvipärisen materiaalin käsittelymiseksi sen sisältämien ei-tärkkelyspolysakkaridien liukenevuuden parantamiseksi. Lisäksi keksintö koskee tuotetta, joka on valmistettavissa ko. menetelmällä, sekä menetelmällä saatavan tuotteen käyttöä.

10 Kasvipäriset materiaalit sisältävät erilaisia ei-tärkkelyspolysakkarideja (NSP-yhdisteitä; non-starch polysaccharides), jotka veteen liuettuaan muodostavat viskositeettia. Näillä yhdisteillä on havaittu ihmisen ruokavaliassa terveyttä edistävä vaikutus, joka muodostuu useasta eri osatekijästä. Päinvastoin kuin tärkkelys, nämä polysakkaridit eivät hajoa ruuansulatuskanavan alkuosassa, vaan kulkeutuvat imeytymättä paksusuoleen asti. NSP-yhdisteiden on osoitettu aiheuttavan kylläisyyden tunteen, jolloin ne auttavat painonhallinnassa (Howarth N C; Saltzman E; Roberts S B,
15 Dietary fiber and weight regulation. *Nutrition Reviews*, 2001, 59(5), sivut 129-139. Lisäksi NSP-yhdisteiden on osoitettu hidastavan hiilihydraattien imeytymistä, jolloin veren sokeriarvojen nousu ruokailun jälkeen on hitaampaa, kun ravinto sisältää NSP-yhdisteitä (Wood, Peter J. Evaluation of oat bran as a soluble fiber source. Characterization of oat β-glucan and its effects on glycemic response. *Carbohydrate
20 Polymers*, 1994, 25(4), sivut 331-336. Erityisesti veteen liukenevan NSP-yhdisteiden on osoitettu alentavan veren seerumin LDL-kolesterolin pitoisuutta, ja sitä kautta vaikuttavan riskiin sairastua sydän- ja verisuonitauteihin (Braaten J T; Wood P J; Scott F W; Wolynetz M S; Lowe M K; Bradley-White P; Collins M W, Oat β-glucan reduces blood cholesterol concentration in hypercholesterolemic subjects. *European Journal Of Clinical Nutrition*, 1994, 48(7), sivut 465-474).
25 Lisäksi paksusuolen bakteerit muodostavat NSP-yhdisteistä hajoamistuotteita, joilla on suotuisa vaikutus eräiden syöpämuotojen ehkäisyssä (Reddy, Bandaru S.; Hirose, Yoshinobu; Cohen, Leonard A.; Simi, Barbara; Cooma, Indrane; Rao, Chinthalapally V., Preventive potential of wheat bran fractions against experimental colon carcinogenesis: implications for human colon cancer prevention. *Cancer Research*, 2000, 60(17), sivut 4792-4797).
30)

Monet yllä kuvatuista terveysvaikutuksista ovat siis riippuvaisia NSP-yhdisteiden kyvystä liueta veteen. Julkaisussa "Effects of oat gum on blood cholesterol levels in healthy young men" (*European Journal Of Clinical Nutrition*, 1995, 49(7), sivut

517-522) Beer et al. osoittivat, että korkea vesiliukoisuus ja korkea viskositeetti lisäävät kauratuotteiden kykyä laskea seerumin kolesterolitasoa.

NSP-yhdisteiden liukeneminen kasviperäisistä lähdemateriaaleista veteen määräytyy materiaalin kemiallisten ja fysikaalisten ominaisuuksien perusteella. Näitä ovat erilaisten molekyylien väliset ristisidokset, materiaalin hydrofobisuus tai partikkelikoko. Tunnettua tekniikkaa on tehostaa NSP-yhdisteiden liukoisuutta tällaisissa materiaaleissa muuttamalla vesifaasin pH:ta (US5518710, Methods for extracting cereal beta -glucans), nostamalla lämpötilaa (Zhang, Decai; Doehlert, Douglas C.; Moore, Wayne R., Factors affecting viscosity of slurries of oat groat flours. *Cereal Chemistry*, 1997, 74(6), sivut 722-726), jauhamalla materiaali pienempipartikkeliseksi (Wood, P. J.; Siddiqui, I. R.; Paton, D. Extraction of high-viscosity gums from oats. *Cereal Chemistry*, 1978, 55(6), sivut 1038-1049) ja lisäämällä materiaaliin erilaisia hydrolyyttisiä entsyymejä (US5846590, Method for enriching soluble dietary fibre).

Alkaalinen pH tunnetusti lisää polysakkaridien liukoisuutta, samoin käsittely korkeissa lämpötiloissa. Näitä tekniikoita ei kuitenkaan voida soveltaa elintarvikkeiden valmistukseen ilman, että niihin liittyy merkittävää aistittavien ominaisuuksien muuttumista kielteiseksi. Erilaisten hydrolyyttisten entsyymien käyttö liukoisuuden lisääjänä merkitsee kustannuslisää ja lisäksi lainsäädännöllisten rajoitteiden ja niistä mahdollisesti seuraavien hyväksyttämismenettelyjen huomioimista.

Edellä mainituilla esikäsittelyillä on kuitenkin korkeintaan vähäinen merkitys pyritäessä lisäämään NSP-yhdisteiden liukenemista valmiista elintarvikkeista ruoansulatuskanavassa. Liukenemista hallitsevat lähinnä ruoansulatuskanavan paikalliset pH:n vaihtelut ja kanavaan erittyvät ruoansulatusentsyymit. Materiaalin jauhaminen pienempipartikkeliseksi tunnetusti edistää siinä olevien komponenttien liukenevuutta ympäröivään vesipitoiseen faasiin. Hienojauhatuksella saatava hyöty riippuu kuitenkin liuotettavasta yhdisteestä ja materiaalista jota jauhatetaan. Esimerkiksi viljaperäisten NSP-yhdisteiden liukoisuuteen jauhatus ei tuo oleellista etua. Viljan jyvän endospermisolut ovat suuria, esim. kauralla kokoluokkaa 400 - 800 µm, kun taas jauhatuksella saatavien partikkeleiden enin osa on hienoimmillaan 100-300 µm kokoluokkaa. Tämän johdosta jauhatuksessa murskautuu etupäässä endospermisoluja sillä seurauksella, että niistä vapautuva tärkkelys muodostaa jauhон hienoimman osan. Vastaavasti aleuronin ja subaleuronikerroksen solut, joissa NSP-yhdisteiden osuus on suurin, ovat oleellisesti pienempiä, esim. kauralla suuruusluokkaa 10-30 µm. Jauhatuksessa näillä soluilla on taipumus jäädä rikkoutumattomaksi, tyypillisesti usean solun muodostamiin klustereihin, joissa olevat NSP-

yhdisteet eivät pääse vapaasti kosketuksiin ympäröivän liuottavan faasin kanssa. Tämän johdosta on myös ilmeistä, että pyrkimus partikkelikoon pienentämiseen jauhun seulonnalla johtaa vain tärkkelyksen osuuden kasvuun entisestään.

- 5 Tunnettujen jauhatustekniikoiden epäkohtana on siten, että niiden avulla on vaikeaa murskata riittävän pieneksi niitä jyvän solurakenteita, joissa NSP-yhdisteiden osuus on suurin. Seurauksena on, että pääasiassa vain partikkelien murtopinnoilla olevat NSP-yhdisteet pääsevät välittömään kosketukseen liuottavan väliaineen, kuten veden, kanssa.

- 10 Esillä olevan keksinnön tarkoituksena on parantaa NSP-yhdisteiden liukenevuutta käsittelyllä, jolla edellä mainittujen tekniikoiden haitat ja rajoitteet voidaan eliminoida. Keksinnön mukaiselle menetelmälle on tunnusomaista se, että materiaali murskataan mekaanisen energian avulla partikkeleiksi siten, että murskauksen yhteydessä ainakin pääosa materiaalin ei-tärkkelyspolysakkarideja sisältävistä soluista vaurioituu.

- 15 Keksintöön pätee täten se, että murskauksessa yli 50 %, edullisesti yli 90 % materiaalin ko. soluista pirstoutuu, lohkeaa tai murtuu siten, että niiden sisältämät ei-tärkkelyspolysakkaridit vapautuvat kosketukseen niitä liuottaviin väliaineisiin, kuten veteen tai vesiliuoksiin, joiden kanssa murskattu tuote saatetaan kosketukseen.

- 20 Keksinnön mukainen solujen vaurioitus mahdollistaa liuottavan väliaineen, kuten vesifaasin, ja soluissa olevien ja sen ohella myös niiden ulkopuolisten ei-tärkkelyspolysakkaridien lisääntyneen vuorovaikutuksen, jolloin liukenevuus kasvaa. Tämä ilmenee etenkin liukenemisen nopeutumisena, mutta myös liukenevan aineen määrän kasvuna keksinnön käyttösovellutuksissa.

- 25 Edullista on suorittaa murskaus siten, että ainakin pääosa solujen sisältämistä ei-tärkkelyspolysakkarideista päättyy murskauksessa syntyviin, kulloinkin ei-tärkkelyspolysakkaridin vastaavaa lähtösolua pienempiin partikkeleihin. Yllä sanottu pätee siten yli 50 %:in, edullisesti yli 80 %:in materiaalin solujen sisältämistä ei-tärkkelyspolysakkarideista. Ideaalitapauksessa oleellisesti 100 % ko. soluista pilkkoutuu.

- 30 Keksinnön mukaan kasviperäinen materiaali on murskattavissa pienemmiksi partikkeleiksi, kuin mihin tunnetuilla jauhamistekniikoilla on tähän mennessä päästy. Murskattava materiaali, joka voi muodostua osaksi tai kokonaan viljan, kuten kauran, rukiin tai ohran, jyvistä tai niiden fraktiosta, on murskattavissa partikkelikoon, joka on alle 100 μm , edullisesti alle 50 μm ja edullisimmin alle 20 μm . Edul-

linen partikkelikoko on murskattavan materiaalin solujen kokoa pienempi, jolloin pienimmätkin solurakenteet rikkoutuvat ja solunsisäisten, liuotettavien komponentin tehollinen pitoisuus suhteessa liuottavaan väliaineeseen kasvaa ja liukoisuus tehostuu.

- 5 Käytettäessä keksinnön mukaisesti aikaansaattua tuotetta teollisissa valmistusprosesseissa siinä olevat NSP-yhdisteet liukenevat nopeasti ja muodostavat viskositeettia. Tehostunutta liukenevuutta voidaan hyödyntää myös nautittaessa keksinnön mukaisesti valmistettua tuotetta sellaisenaan tai osana ravintoa, jolloin edellytykset NSP-yhdisteiden liukenemiseen ruoansulatuskanavassa tehostuvat. NSP-yhdisteiden liu-
- 10 kenevuuteen keksintö vaikuttaa edullisesti kahdella tavalla: Partikkelien pinta-alaveteen nähden kasvaa partikkelikoon pienetessä ja liuottimena käytettävän yhdisteen kontakti solunsisäisiin rakenteisiin on välitön.

- Tuotteen liukenevuutta voidaan myös säädellä sopivan liukenemista jarruttavan komponentin, kuten amylopektiinin avulla. Murskattava kasvimateriaali voi itses-
- 15 sään sisältää ei-tärkkelyspolysakkaridien ohella amylopektiiniä, esimerkkeinä waxy-riisi tai waxy-ohra, tai amylopektiiniä tai sitä sisältävää lisäainetta voidaan seostaa kasvipäraseen materiaaliin ennen tai jälkeen murskauksen.

- Tyypillinen ravitsemuksellista kiinnostusta herättävä NSP yhdiste on β -glukaani, jota esiintyy esimerkiksi viljan siemenen soluseinissä ja hiivassa osana sen soluseinärakennetta. Keksintö on siten erityisen sovelias β -glukaanin liukenevuuden paran-
- 20 tamiseen. Myös pentosaania sisältävien materiaalien käsittelyyn keksintö on edullinen.

- Keksinnön mukainen vaikutus tuotteeseen saadaan aikaan, kun sen valmistamiseen käytettävään materiaaliin kohdistetaan riittävä määrä mekaanista energiaa, jotta
- 25 partikkelikooksi muodostuu pienempi, kuin materiaalin NSP-yhdisteitä sisältävien solujen koko. Materiaalista riippuen murskattavien solujen koko voi tosin vaihdella huomattavasti. Siten keksinnön mukainen vaikutus tuotteeseen ei myöskään ole sidoksissa universaalin partikkelikokoarvoon vaan voi vaihdella materiaalista toiseen murskattavien solujen koosta riippuen. Kauranjyvistä tiedetään (Oats Chemistry
- 30 And Technology, toimittaja Francis H. Webster, American Association of Cereal Chemists, Eagan Press, 1986), että myös jyvän eri osissa solujen koko voi vaihdella merkittävästi. Endospermisolujen koko on tyypillisesti 50-150 μm , kun taas NSP-riikkaat aleuroni- ja subaleuronisolut ovat kooltaan 10-30 μm . Siten tehokas keksinnön mukainen vaikutus syntyy, kun viljoihin kohdistetaan mekaanista energiaa

määrä, jolla viljamateriaali aleuroni- ja/tai subaleuronikerroksia myöten murskautuu pääosin alle 50 μm :n, edullisesti alle 20 μm :n partikkeleiksi.

Keksintö ei ole sidottu tiettyyn suoritukseen, vaan haluttu ominaisuus tuotteeseen voidaan saada aikaan lämmön, paineen ja leikkausvoimien yhteisvaikutuksella
 5 esimerkiksi ekstrudoimalla tai ekspandoimalla alhaisessa kosteuspitoisuudessa tai homogenoimalla materiaalia ylimääräisen veden läsnä ollessa paineasetuksia ja/tai homogenisointikertoja toistamalla, kunnes materiaaliin kohdistuu keksinnön tarkoit-
 tama kokonaisenergiämäärä. Keksintö on siten yksinkertainen toteuttaa, soveltuu suurimittakaavaiseen teolliseen tuotantoon ja sen käyttöönotto ei saavutettavaan
 10 hyötyyn nähden muodosta merkittävää kustannuslisää.

Keksinnön toteuttaminen ekstruusiolla on edullista silloin, kun samanaikaisesti halutaan toteuttaa tuotteen formulointia. Suositeltava energian käyttö ekstruusiassa on 0,15-0,39 kWh/kg materiaalia. Ekstruusiassa syntyvä plastinen massa, jossa alkupe-
 15 räinäinen materiaali on murskattu keksinnön mukaiseen partikkelikokoon, voidaan kuivatuksen jälkeen formuloida haluttuun raekokoon ja muotoon. Keksinnön mukaiseen tuotteeseen päästään edullisimmin, kun ekstrudoitavan materiaalin kosteus ensin säädetty arvoon 6 % tai korkeintaan arvoon 20 %. Ekstruusio on keksinnön edullinen toteutusmuoto myös silloin, kun halutaan säädellä NSP-yhdisteiden liu-
 kenemisnopeutta. Seostamalla ekstrudoitavaan materiaaliin yhdisteitä, kuten erilai-
 20 sia tärkkelysvalmisteita, joiden liukenevuus riippuu ajasta, pH:sta, mekaanisesta tai entsymaattisesta vaikutuksesta, saadaan vaikutettua valikoivasti NSP-yhdisteiden liukenevuuteen prosesseissa, ruoan valmistuksessa tai ruoansulatuskanavassa.

Sovellettaessa keksintöä homogenisoinnilla on edullista käyttää ylimäärin vettä, yli 50 % jauhun painosta, sekä homogenointipainetta 50-800 bar, ja toistaa käsittely
 25 kunnes keksinnön mukainen määrä energiaa on siirtynyt materiaaliin halutun partikkelikokoon saavuttamiseksi. Homogenointi on edullisimmillaan, kun lopullisen tuotteen halutaan olevan juoksevaa tai muutoin runsaasti vettä sisältävää.

Keksinnöllä on saatavissa aikaan tuotteita, joiden sisältämällä NSP-yhdisteillä on selkeästi korkeampi liukenevuus, kuin vastaavassa materiaalissa ilman keksinnön
 30 mukaista käsittelyä. Keksinnön mukaiselle tuotteelle on tunnusomaista se, että tuote sisältää kasviperäistä materiaalia, joka on murskattu partikkeleiksi, joissa ainakin pääosa materiaalin ei-tärkkelyspolysakkarideja sisältävistä soluista on vaurioitunut, jolloin ei-tärkkelyspolysakkarideilla on parantunut liukenevuus nestefaasiin, jonka kanssa tuote on saatettu kosketukseen. Vaurioitus on tapahtunut ilman, että partik-
 35 keleissa on tapahtunut havaittavaa NSP-yhdisteiden rakenteen hajoamista. Tyypilli-

siä biologisia kasvipörsäisiä materiaaleja, joista saatavilla jakeilla on NSP-yhdisteiden pitoisuuden kannalta fysiologista merkitystä ovat viljat, kuten esimerkiksi kaura, ohra ja ruis.

5 Keksintö käsittää edelleen edellä kuvattun partikkeleiksi murskatun materiaalin käytön elintarvikkeeseen tai rehuun, jossa ei-tärkkelyspolysakkarideilla on parantunut liukenevuus ruoansulatuskanavassa. Lisäksi keksintö käsittää erityisesti materiaalin käytön viskositeetin hallittuun kasvattamiseen liukenevien ei-tärkkelyspolysakkaridien avulla eri yhteyksissä.

10 Seuraavassa keksintöä kuvataan yksityiskohtaisesti laboratoriokokein viitaten niihin liittyviin oheisiin kuviin 1 ja 2.

Kuvasta 1 nähdään kaurakuituun ekstruusion aikana siirtyvän mekaanisen energian määrän vaikutus kaurakuidun solujen hajoamiseen. Ylempi kuva 1a: kaurakuitu ekstrudoitu siten, että siirtyneen mekaanisen energian määrä on 0,364 kWh / kg. Alempi kuva 1b: kaurakuitu ekstrudoitu siten, että siirtyneen mekaanisen energian
15 määrä on 0,151 kWh / kg.

Kuvasta 2 nähdään kaurakuidun partikkelikoon pieneneminen homogenoinnin seurauksena. Ylempi kuva 2a: kaurakuitua homogenoitu 200 bar paineessa. Alempi kuva 2b: kaurakuitua homogenoitu ilman vastapainetta (p= 0 bar).

Esimerkki 1

20 Kaurakuitua (Oat Bran Concentrate, Suomen Viljava Oy) ekstrudoitiin K-Tron Ag:n valmistamalla APV MPF 19/25-mallisella ekstruuderilla. Kaurakuidun partikkeleista 95 % oli välillä 100 – 500 µm. Kuitu sisälsi β-glukaania 17 % kuivapainosta. Kuidun syöttönopeus, ekstruuderin ruuvien pyörimisnopeus sekä vääntömomentti kirjattiin ylös ja niiden avulla laskettiin kaurakuituun siirtyvän spesifisen energian
25 määrä kWh / kg kuitua seuraavan kaavan avulla:

Spesifinen mekaaninen energia (SME, kWh/Kg) =

$$\frac{\text{Ruuvien pyörimisnopeus, rpm} \cdot \text{vääntömomentti (N)} \cdot 0,004 \text{ kW} / \text{rpm}}{\text{Kuidun + veden syöttönopeus Kg/h}}$$

Kaavassa 0,004 kW/rpm kuvastaa kyseiselle laitteistolle ominaista vakiotermiä.

- Ekstruusio-olosuhteita muuttamalla voidaan säädellä kaurakuituun siirtyvän mekaanisen energian määrää. Normaalissa ekstruusiosprosessissa käytetty vesimäärä vaihtelee välillä 25 – 50 %. Kun ekstruusiossa käytetty vesimäärä on huomattavasti tätä pienempi, siirtyy materiaaliin enemmän mekaanista energiaa kuin normaalissa ekstruusiosprosessissa. Vaihtoehtoisesti materiaali voidaan ekstrudoida kahteen kertaan peräkkäin, jolloin korkea mekaanisen energian määrä voidaan siirtää materiaaliin myös normaalisti ekstruusiossa käytetyissä kosteuksissa (Taulukko 1).

Taulukko 1. Ekstruusio-olosuhteiden vaikutus kaurakuituun siirtyneen mekaanisen energian määrään.

Kaurakuidun syöttönopeus, g / min	Kosteus ekst- ruusios- sa, %	Ruuvien nopeus, rpm	Lämpötila, °C	Spesifinen mekaaninen energia, kWh / kg
34,1	29	313	110	0,151
55,3	20	318	120	0,211
55,3	21	320	120	0,221
167* ^{a)}	31	318	109	0,237
55,3	13	322	121	0,267
123* ^{b)}	23	319	113	0,342
126* ^{c)}	22	319	110	0,364
126* ^{d)}	17	318	108	0,390

10

- *^{a)}Tuote valmistettu ekstrudoimalla kaurakuitu kahteen kertaan. Spesifinen mekaaninen energia on laskettu summaamalla kummankin ekstruusion aikainen energian siirtyminen ^{a)} kosteus ensimmäisessä ekstruusiossa 29 % ^{b)} kosteus ensimmäisessä ekstruusiossa 20 % ^{c)} kosteus ensimmäisessä ekstruusiossa 21 % ^{d)} kosteus ensimmäisessä ekstruusiossa 13 %.

15

- Kuvasta 1 (liitteenä) ilmenee, että siirrettäessä kaurakuituun mekaanista energiaa 0,390 kWh/kg kaurakuidun partikkelikoko laski alle kyseisen kuidun sisältämien solujen koon. Kun kaurakuituun siirtyvän mekaanisen energian määrä vastasi normaalia ekstruusio-olosuhdetta, 0,151 kWh/kg, oli materiaali pääasiassa solukokoa isompina partikkeleina. Kuvista on siten havaittavissa solurakenteiden hajoaminen.

20

Esimerkki 2

Esimerkin 1 mukaisesti valmistettuja ekstrudoituja kaurakuituja sekoitettiin veteen siten, että kaurakuitua sisältävissä seoksissa β -glukaanin pitoisuus vesiseoksissa oli

0,75 %. Tätä seosta inkuboitiin 1 tunti 37°C:n lämpötilassa ennen viskositeetin mittaamista. Viskositeetti mitattiin Bohlin Visco 88 BV -laitteistolla (Bohlin Rheology AB, Lund, Sweden) käyttäen C-30 sylinteriä. Viskositeetit mitattiin kahdella eri leikkausnopeudella, 42 s⁻¹ ja 72 s⁻¹. Näistä intrapoloitiin viskositeetti leikkausnopeudella 58 s⁻¹. Viskositeetin havaittiin kasvavan kun käytetyn energian määrä kasvoi (taulukko2).

Taulukko2. Kaurakuituun tai ruisjauhoon ekstruusion aikana siirtyvän mekaanisen energian määrän vaikutus tuotteiden vesisuspension viskositeettiin.

Spesifinen mekaaninen energia, kWh / kg	Kaurakuidun viskositeetti, mPas
Käsitlemätön kaurakuitu	302
0,151	413
0,211	515
0,221	518
0,237	504
0,267	500
0,342	598
0,364	570
0,390	571

10

Esimerkki 3

Kaurakuitu homogenoitiin 5 % vesisuspensionä (Rannin, high pressure laboratory homogenizer Model MINI-LAB, type 8.30H) eri paineissa. Homogenoinnin jälkeen seosta inkuboitiin 1 tunti 37 C:ssa ennen viskositeetin mittausta. Viskositeetit mitattiin kuten esimerkissä 2. Viskositeettimittauksista havaittiin, että homogenointi kasvatti huomattavasti seosten viskositeettia (taulukko 3).

15

Taulukko3. Homogenointi paineen vaikutus kaurakuitu-vesi seoksen viskositeettiin.

Paine homogenisaattorissa, bar	Viskositeetti, mPas
0	304
100	413
200	404
300	439
50 + 50 *	420

* homogenoitu kahteen kertaan peräkkäin

5

Homogenoinnin aikana kaurakuidun solurakenne hajosi, ja kudun partikkelikoko oli pienempi kuin yksittäisten kaurakuitupartikkelien solujen koko (kuva 2, liitteenä).

Esimerkki 4

- 10 Valmistettiin ekstrudoituja tuotteita käyttäen esimerkissä 1 mainittua kaurakuitua ja kaupallista ruisjauhoa. Ekstrudointi tehtiin Tron Ag:n valmistamalla APV MPF 19/25-mallisella ekstruuderilla ja tuotteisiin siirtynyt mekaaninen energia laskettiin kuten esimerkissä 1. Ruisjauhoa ekstrudoitiin kahdella eri energiamäärällä (taulukko 4), joista jälkimmäistä (0,301 kWh/kg) käytettiin jatkokokeisiin.
- 15 Taulukko 4. Ekstruusio-olosuhteiden vaikutus ruisjauhoon ekstruusion aikana siirtyvän mekaanisen energian määrään.

Ruisjauhon syöttönopeus, g / min	Kosteus ekstruusios- sa, %	Ruuvien nopeus, rpm	Lämpötila, °C	Spesifinen mekaaninen energia, kWh / kg
31	50	220	110	0,055
31	21	440	108	0,301

- 20 Kaurakuitu ekstrudoitiin siten, että siihen siirtyi mekaanista energiaa 0,342 kWh/kg. Lisäksi valmistettiin homogenoitua kaurakuitua homogenoimalla kaurakuidun 5 % vesiseos kaksi kertaa peräkkäin 50 bar paineessa esimerkin 3 mukaisesti.

- Edellä kuvattuihin kaurakuitu ja ruisjauho –tuotteisiin lisättiin vettä siten että kuiva-
ainepitoisuus oli 4,35 %. Seosta sekoitettiin 1 tunti 37°C:sen lämpötilassa. Tämän
jälkeen seoksesta erotettiin neste ja kiintoaines erilleen sentrifugoimalla 3300 g:n
teholla 10 minuuttia. Sekä neste- että kiintoainesfaasi kuivattiin pakkaskuivauksella
5 ja niistä määritettiin β -glukaanipitoisuus. β -Glukaanimääritys tehtiin AOAC 995
menetelmän mukaisesti. Havaittiin, että käsittelyn seurauksena huomattavasti suu-
rempi osa β -glukaanista liukeni vesifaasiin (taulukko 5).

Taulukko 5. Homogenoinnin tai ekstruusion vaikutus kaurakuidusta ja ruisjauhosta
liukenevan β -glukaanin osuuteen tuotteiden kokonais- β -glukaanipitoisuudesta.

10

Käsittely	Liukoisen β -glukaanin osuus, %
Käsitlemätön kaurakui- tu	66
Kaurakuitu homogenoitu 50 bar + 5+ bar*	80
Kaurakuitu ekstrudoitu SME 0,342 kWh / kg**	75
Käsitlemätön ruisjauho	20
Ruisjauho ekstrudoitu 0,301 kWh / kg**	28

* homogenoitu kahteen kertaan 50 bar paineessa. ** Ekstrudoitu siten että kaurakui-
tuun tai ruisjauhoon siirtyneen spesifisen energian määrä oli 0,342 kWh / kg tai
0,301 kWh / kg kuitua.

- 15 Näytteitä käsiteltiin edelleen esimerkkien 2 ja 3 kuvaamalla tavalla, jonka jälkeen
ne pakkaskuivattiin. Kuivattujen näytteiden sisältämän β -glukaanin molekyylikoko
määritettiin geelipermeaatiokromatografialla kuten on kuvattu julkaisussa "Size-
exclusion chromatographic determination of -glucan with postcolumn reaction de-
tection" (Suortti T., *Journal of Chromatography A*, 1993, 632(1-2), sivut 105-110).
20 Havaittiin, että käsittelyt eivät merkittävästi vaikuttaneet β -glukaanin molekyyliko-
koon (taulukko 6).

Taulukko 6. Homogenoinnin tai ekstruusion vaikutus kaurakuidusta ja ruisjauhasta liukenevan β -glukaanin osuuteen tuotteiden kokonais β -glukaani -pitoisuudesta.

	MW > 1 000 000 D	1 000 000 D < MW < 200 000 D	MW < 200 000 D
Käsittelemätön näyte	35 %	45 %	20 %
Homogenoitu 50 bar + 50 bar	35 %	45 %	20 %
Ekstrudoitu SME 342 kWh / kg	30 %	45 %	25 %

5

Esimerkki 5

Kaurakuitua (Oat Bran Concentrate, Suomen Viljava Oy) ekstrudoitiin K-Tron Ag:n valmistamalla APV MPF 19/25-mallisella ekstruuderilla. Valmistajan mukaan
 10 kaurakuidun partikkeleista 95 % oli välillä 100 – 500 μ m. Kuitu sisälsi β -glukaania 17 % kuivapainosta. Ennen ekstrudointia kaurakuituun seostettiin amylopektiiniri-
 kasta tärkkelystä (REMYLINE XS-DR-P) 15-25 % kaurakuidun massasta. Ekstru-
 dointi tehtiin 15 % kosteudessa 120 °C:n lämpötilassa.

Havaittiin, että amylopektiinirikkaan tärkkelyksen määrän kasvattaminen kaura-
 15 kuidussa vaikuttaa vain vähäisessä määrin materiaaliin ekstruusion aikana siirtyvän
 energian määrään (taulukko 7). Sen sijaan havaittiin, että esimerkin 3 mukaisesti
 mitattuna valmiin tuotteen viskositeetti vesiliuoksessa muuttui huomattavasti kun
 kyseisen tärkkelyksen osuutta tuotteessa kasvatettiin. Kun lisätyn tärkkelyksen
 20 osuus oli 25 % kaurakuidun määrästä, tuotteen muodostama viskositeetti oli hyvin
 vähäinen ja tuote säilytti partikkelimuotoisen rakenteen vedessä jopa 60 minuuttia.
 Tällaisten partikkelien liettymistä veteen voitiin tehostaa huomattavasti käsittele-
 mällä seos pankreatiiniiliuoksella (taulukko 8). Täten keksinnön mukaisen viskosi-
 teetin muodostumista voidaan halutessa säädellä niin, että viskositeetti muodostuu
 25 käyttötavan mukaisesti edullisimmassa prosessointivaiheessa tai vasta kun tuote
 pääse kosketuksiin ruuansulatusentsyymien kanssa.

Taulukko 7. Amylopektiinirikkaan tärkkelyksen vaikutus kaurakuidusta ekstrudoi-
 malla valmistetun tuotteen viskositeettiin 0,75 % vesiseoksessa. Viskositeettimitta-
 ukset tehty 15, 30, 45 ja 60 minuuttia sen jälkeen kun tuote oli sekoitettu veteen.

Amylopektiini- rikkaan tärkkelyksen osuus kaura-kuidusta, %	SME, kWh/kg	Viskositeetti, mPas			
		15 min	30 min	45 min	60 min ⁵
15	0,144	170	281	318	333
20	0,142	79	87	110	139
25	0,151	*)	41	52	57 ¹⁰

*) Ei mitattavaa viskositeettia

- 15 Taulukko 8. Amylopektiinirikkaan tärkkelyksen vaikutus kaurakuidusta ekstrudoidulla valmistetun tuotteen viskositeettiin 0,75 % vesiseoksessa. Seokseen lisätty 8 mg pankreatiinia / 100 ml vettä. Viskositeettimittaukset tehty 15, 30, 45 ja 60 minuuttia sen jälkeen, kun tuote oli sekoitettu veteen.

Amylopektiini- rikas tärkkelys, %	SME, kWh/kg	Viskositeetti, mPas			
		15 min	30 min	45 min	60 min ²⁰
15	0,144	282	386	440	472
20	0,142	250	368	403	451
25	0,151	242	350	407	469 ⁵

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä kasvipöeräisen materiaalin käsittelemiseksi sen sisältämien ei-tärkkelyspolysakkaridien liukenevuuden parantamiseksi, **tunnettu** siitä, että materiaali murskataan mekaanisen energian avulla partikkeleiksi siten, että murskauksen
5 yhteydessä ainakin pääosa materiaalin ei-tärkkelyspolysakkarideja sisältävistä soluista vaurioituu.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että ainakin pääosa solujen sisältämistä ei-tärkkelyspolysakkarideista päättyy murskauksessa syntyviin, kulloinkin ei-tärkkelyspolysakkaridin vastaavaa lähtösolua pienempiin partikkeleihin.
10
3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että murskattava materiaali muodostuu osaksi tai kokonaan viljan, kuten kauran, rukiin tai ohran, jyvistä tai niiden fraktiosta.
4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että materiaali
15 murskataan partikkelikokoon, joka on alle 100 µm, edullisesti alle 50 µm ja edullisimmin alle 20 µm .
5. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että materiaali sisältää jyvien aleuroni- ja/tai subaleuronikerroksia, jotka murskataan partikkelikokoon, joka on alle 50 µm, edullisesti alle 20 µm .
- 20 6. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että menetelmällä parannetaan β-glukaanin tai pentosaanin liukenevuutta.
7. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että murskattava materiaali sisältää amylopektiiniä tai amylopektiinirikasta materiaalia, kuten waxy-riisiä tai waxy-ohraa.
- 25 8. Patenttivaatimuksen 7 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että murskattava materiaali sisältää amylopektiiniä tai amylopektiinirikasta materiaalia seostettuna muuhun biologiseen, ei-tärkkelyspolysakkarideja sisältävään materiaaliin, kuten kauranjyviiin tai niiden fraktioon.
9. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä,
30 että mekaaninen energia saadaan aikaan lämmön, paineen ja leikkausvoimien yhteisvaikutuksena.

10. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että murskaaminen suoritetaan ekstruusiolla käyttäen energiaa 0,15-0,39 kWh/kg.
11. Patenttivaatimuksen 10 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että murskattava materiaali esikäsitellään kosteuteen 6 – 20 % .
- 5 12. Jonkin patenttivaatimukista 1 - 9 mukainen menetelmä, **tunnettu** siitä, että murskattava materiaali sekoitetaan sitä suurempaan määrään nestemäistä väliainetta ja seosta homogenisoidaan paineessa 50-800 bar.
- 10 13. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukaisella menetelmällä saatu partikkelimuotoinen tuote, **tunnettu** siitä, että tuote sisältää kasviperäistä materiaalia, joka on murskattu partikkeleiksi, joissa ainakin pääosa materiaalin ei-tärkkelyspolysakkarideja sisältävistä soluista on vaurioitunut, jolloin ei-tärkkelyspolysakkarideilla on parantunut liukenevuus nestefaasiin, jonka kanssa tuote on saatettu kosketukseen.
- 15 14. Jonkin patenttivaatimuksista 1 – 12 mukaisella menetelmällä käsitellyn materiaalin käyttö elintarvikkeeseen tai rehuun, jossa ei-tärkkelyspolysakkarideilla on parantunut liukenevuus ruoansulatuskanavassa.
15. Patenttivaatimuksen 7 mukaisesti käsitellyn materiaalin käyttö viskositeetin hallittuun kasvattamiseen.

(57) Tiivistelmä

Keksinnön kohteena on menetelmä, jonka avulla parannetaan kasviperäisten materiaalien ei-tärkkelyspolysakkaridien liukenevuutta. Keksinnön piiriin kuuluvat myös menetelmällä valmistettavat tuotteet sekä tuotteiden käyttö. Menetelmässä materiaali murskataan mekaanisen energian avulla partikkeleiksi siten, että murskauksen yhteydessä ainakin pääosa materiaalin ei-tärkkelyspolysakkarideja sisältävistä soluista vaurioituu. Mieluiten materiaalin murskauksessa ei-tärkkelyspolysakkaridit saatetaan partikkeleihin, joiden koko on kulloinkin pienempi, kuin materiaalin kyseisiä polysakkarideja sisältänyt lähtösolu. Solujen rikkoutuminen mahdollistaa liuottavan väliaineen ja liuotettavien polysakkaridien tehokkaan vuorovaikutuksen, mikä ilmenee liukenevuuden kasvuna. Materiaalin murskaaminen on toteutettavissa paineen, lämmön ja leikkausvoimien yhteisvaikutuksella. Edullisia toteutusmuotoja ovat ekstruusio, ekspandointi ja homogeenointi paineen avulla ja näihin käsittelyihin edullisia materiaaleja ovat kaura, ruis ja näiden jakeet. Keksinnön mukaisen tuotteen liukenevuutta ja liukenemisolosuhteita voidaan säädellä seostamalla murskattava materiaali amylopektiinirikkaalla aineosalla.

L4

/

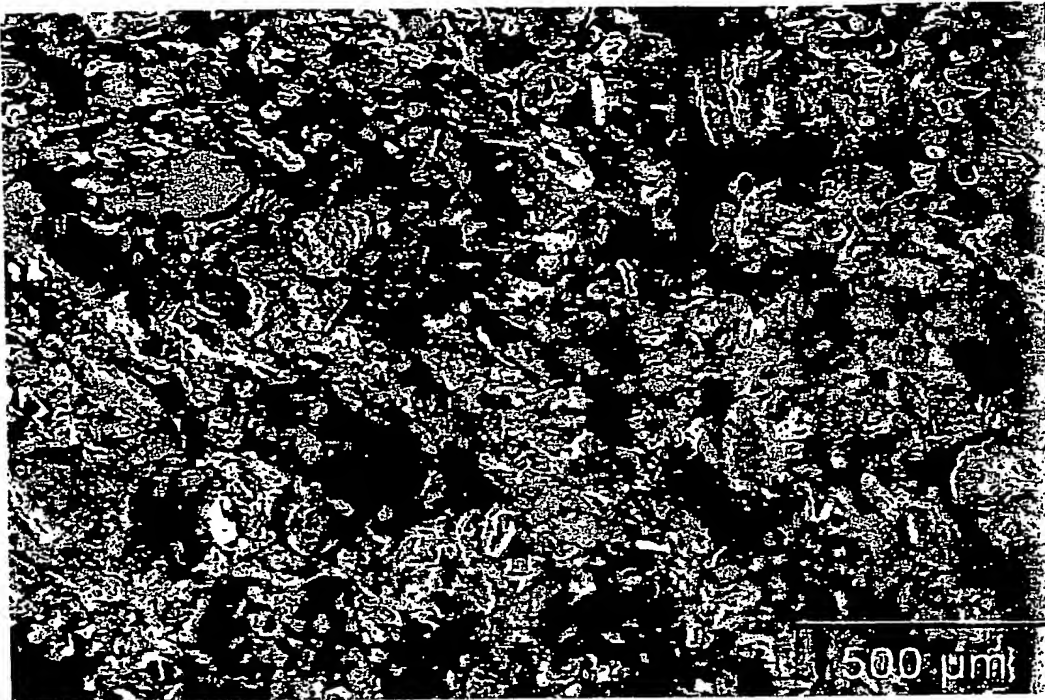


Fig 1a

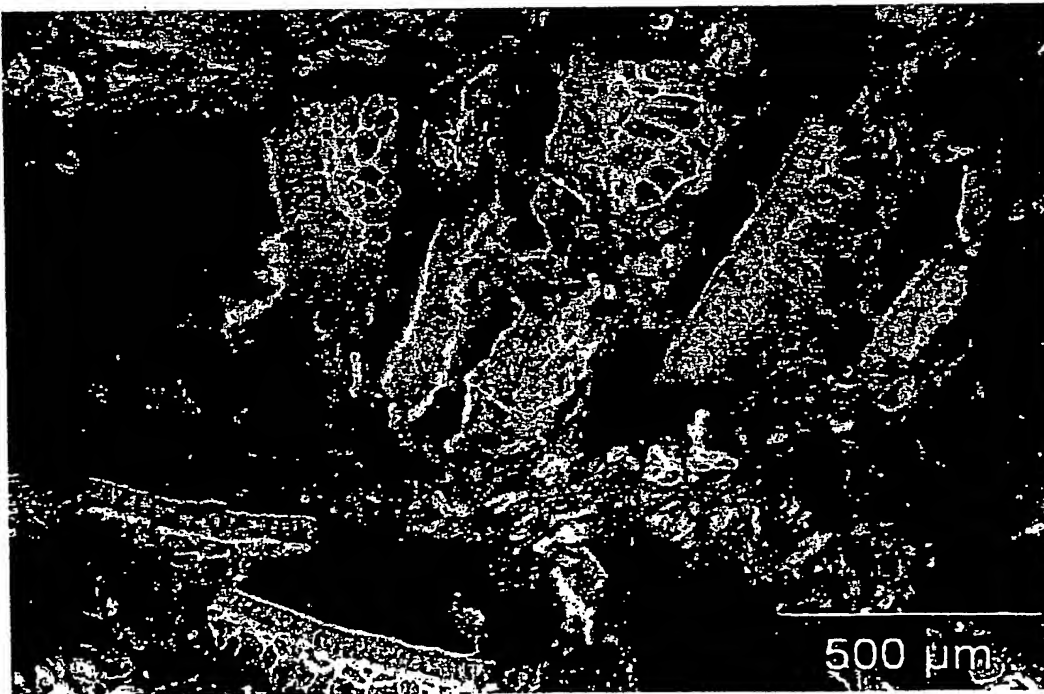


Fig 1b

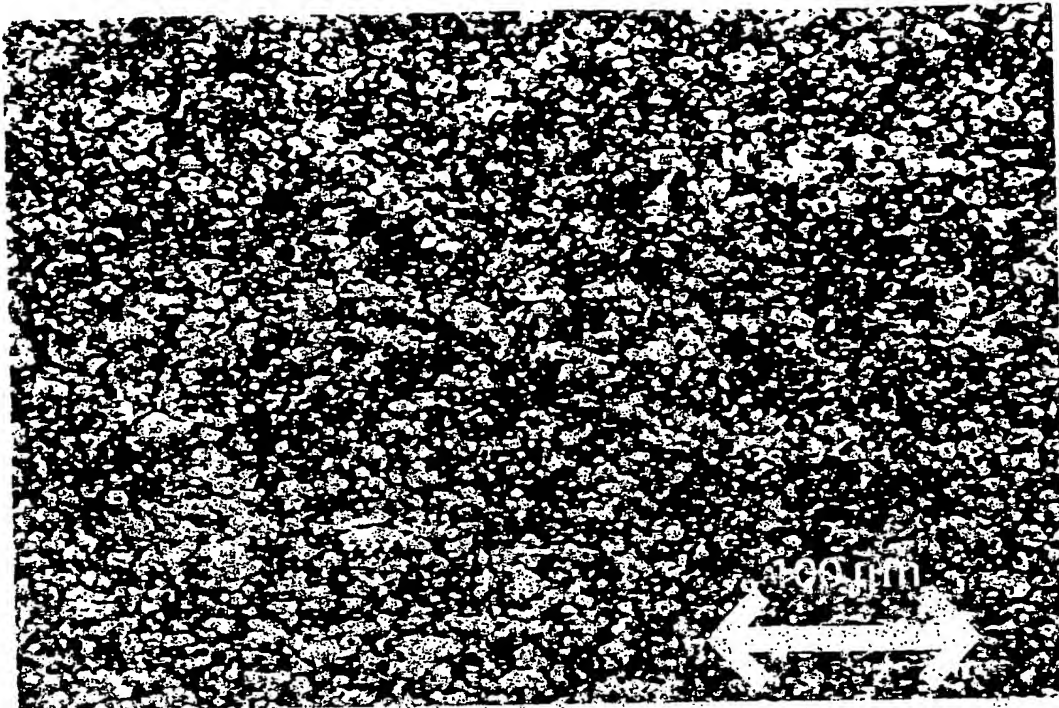


Fig 2a

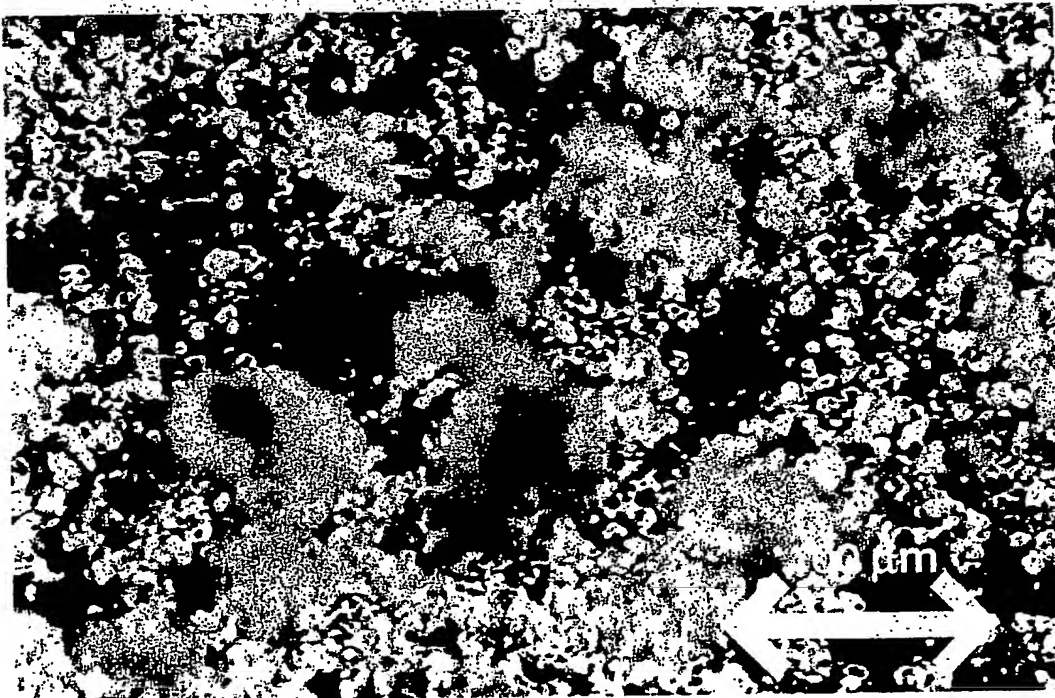


Fig 2b

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☒ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.